



[Home](#) › [Tools](#) › [Babel Fish Translation](#) › [Translated Text](#)

Babel Fish Translation

In English:

Procedure for the production one with sour ones of activated clay/tone

Search the web with this text

Translate again - Enter up to 150 words

Verfahren zur Herstellung eines mit Saure
aktivierten Tons

Use the [World Keyboard](#) to enter accented or Cyrillic characters.

German to English

Translate

Sponsored Matches [About](#) [Become a sponsor](#)

Study English in Los Angeles

Native English speaker teachers. Low cost dormitory. Learn faster and save money. Before you choose any school, check our website and ask our student advisors a question - for free.
www.languagesystems.com

Add Babel Fish Translation to your site.

Tip: You can now translate framed pages.



[Help](#)

Global Services

[Calling Cards](#)

[World Travel](#)

[Language School](#)

[Cellular Phones](#)

[Learn German](#)

[Germany Travel](#)

[Business Services](#)

[Submit a Site](#)

[About AltaVista](#)

[Privacy Policy](#)

[Help](#)

© 2004 Overture Services, Inc.

THIS PAGE BLANK (USPTO)



AUSLEGESCHRIFT

1 173 442

Internat. Kl.: C 01 b

Deutsche Kl.: 12 i - 33/26

Nummer: 1 173 442

Aktenzeichen: M 47453 IV a / 12 i

Anmeldetag: 20. Dezember 1960

Auslegetag: 9. Juli 1964

1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines mit Säure aktivierten Tons durch aufeinanderfolgende Behandlung eines Tons mit wäßriger Salzsäure und Schwefelsäure.

Es ist bekannt, daß viele natürlich vorkommende Tone und Erden als Entfärbungsmittel oder katalytische Materialien verwendet werden können. Diese Produkte haben in zahlreichen Wirtschaftszweigen und besonders zum Reinigen von Erdöl und anderen Ölprodukten Verwendung gefunden. In dem Zustand, wie sie in der Natur vorkommen, besitzen sie jedoch häufig nicht oder nur in unzureichendem Maße die gewünschten Eigenschaften. Die Tone wurden daher nach verschiedenen Verfahren behandelt, um ihre Eigenschaften für den beabsichtigten Verwendungszweck zu verbessern. Die Art der Behandlung wird von dem beabsichtigten Verwendungszweck bestimmt; gewöhnlich werden die Tone durch Säure oder Wärme oder durch beides aktiviert. Die Behandlung von Tonen und besonders von Bentonittonen mit anorganischen Säuren, um sie zur Verwendung als Entfärbungsmittel oder Katalysatoren zu aktivieren, ist bereits bekannt. Zur Erzielung bestimmter Eigenschaften sind auch hohe Temperaturen angewendet worden. Die USA.-Patentschriften 1 929 113 und 2 892 800 beschreiben Verfahren zur Behandlung von Tonen mit wäßriger Salzsäure und Schwefelsäure. Nach beiden Verfahren wird zunächst bei Raumtemperatur mit Salzsäure behandelt. Nach der USA.-Patentschrift 1 929 113 wird sodann bei Siedetemperatur eine 3- bis 6stündige Behandlung mit etwa 64 Gewichtsprozent Schwefelsäure — auf den trockenen Ton bezogen — durchgeführt. Schließlich wird bei 122° C getrocknet. Nach der USA.-Patentschrift 2 892 800 wird die zweite Behandlung mit einem Gemisch von Salzsäure und Schwefelsäure durchgeführt, wobei die Schwefelsäure dem Reaktionsgemisch aus der ersten Stufe zugesetzt wird. Die zweite Behandlungsstufe mit dem Säuregemisch dauert etwa 10 Stunden bei Temperaturen oberhalb von 100° C.

Die Erfindung betrifft nun ein verbessertes, wirtschaftliches Verfahren zum Aktivieren von Tonen mit Säure, nach dem ein aktivierter Ton erhalten wird, der verbesserte Entfärbungseigenschaften besitzt und der sich insbesondere durch einen geringen Gehalt an löslichen Eisensalzen auszeichnet.

Erfindungsgemäß behandelt man einen Subbentonitton mit — auf den trockenen Ton bezogen — 15 bis 50 Gewichtsprozent Chlorwasserstoff in Form einer Salzsäurelösung bei Temperaturen oberhalb von etwa 80° C in Gegenwart von so viel Wasser,

Verfahren zur Herstellung eines mit Säure aktivierten Tons

Anmelder:

Morton Salt Company, Chicago, Ill. (V. St. A.)

Vertreter:

Dr.-Ing. H. Ruschke, Patentanwalt,
Berlin 33, Auguste-Viktoria-Str. 65

Als Erfinder benannt:

Grant A. Mickelson, Woodstock, Ill.,
Wilbur Simon, Crystal Lake, Ill.,
Gordon H. Tibbitts, Crystal Lake, Ill. (V. St. A.)

2

daß die Konzentration des Chlorwasserstoffs in dem Wasser — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — etwa 5 bis 25 Gewichtsprozent beträgt, wäscht den behandelten Ton mit Wasser, behandelt den gewaschenen Ton mit — auf das trockene Material bezogen — 1 bis 20 Gewichtsprozent reiner Schwefelsäure bei Temperaturen unter etwa 50° C bis zu etwa 30 Minuten in Gegenwart von so viel Wasser, daß die Konzentration der Schwefelsäure — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — etwa 0,5 bis 5 Gewichtsprozent beträgt, entfernt die überschüssige Säure aus dem Ton und trocknet das Produkt schnell bei einer Temperatur des Tons unterhalb 100° C.

Von den obengenannten Verfahren unterscheidet sich das erfindungsgemäße Verfahren vor allem durch die wesentlich höhere Behandlungstemperatur in der ersten Stufe und die wesentlich niedrigere Behandlungstemperatur in der zweiten Stufe sowie die niedrigere Trockentemperatur. Ferner werden erfindungsgemäß in der zweiten Stufe gegenüber der USA.-Patentschrift 1 929 113 viel geringere Schwefelsäurekonzentrationen und kürzere Behandlungszeiten angewendet. Im Gegensatz zu dem Verfahren der USA.-Patentschrift 2 892 800 erfolgt die Behandlung mit Salzsäure und Schwefelsäure, wobei letztere erfindungsgemäß durch Phosphorsäure ersetzt werden kann, getrennt, nachdem der Ton von Chloridionen freigesprochen worden ist, sowie mit viel kürzerer Behandlungszeit. Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens bestehen unter anderem darin, daß die Wirksamkeit des Tons durch die Anwendung von verdünnter Schwefelsäure bei dem abschließenden Waschen wesentlich erhöht wird. Unter

Wirksamkeit ist die Fähigkeit der Tone zu verstehen, bestimmte Rohöle, z. B. pflanzliche Öle, zu entfärben. Ferner wurde gefunden, daß der erfindungsgemäß behandelte Ton auch bei langer Lagerung kein Abnehmen dieser Wirksamkeit aufweist. Tone, die mit Salzsäure allein behandelt und durch wiederholtes Dekantieren gewaschen wurden, lassen nach einiger Zeit in ihrer Fähigkeit, Öle, insbesondere pflanzliche Öle, zu entfärben, nach.

Die Tone, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren vorteilhaft behandelt werden können, sind Bentonite und insbesondere Calcium- und Magnesiumsubbentonite. Diese Tone werden oft nach ihrem geographischen Vorkommen bezeichnet. Tone, die Beispiele für die oben angegebene allgemeine Einteilung sind, werden in den geologischen Tagebauschichten von Bentonittonen gefunden, die im östlichen Texas vorkommen. Die geologische und geographische Beschreibung dieses Gebietes ist in einer Veröffentlichung von A. F. Hagner, »Absorptive Clays of the Texas Gulf Coast«, American Mineralogist, Bd. 24, S. 67 bis 108 (1939), zu finden. Erfindungsgemäß besonders brauchbar sind Tone, die in Christian Lease, Gonzales County, Texas, und in Kenard Lease, Gonzales County, Texas, vorkommen. Die in Form großer Klumpen erhaltenen Tone werden vor der Behandlung vermahlen, so daß sie durch ein Sieb mit etwa 1 bis $2\frac{1}{2}$ Maschen/cm² hindurchgehen. Dieser unbehandelte Rohton enthält flüchtige Substanzen (Wasser, Carbonate, organische Substanzen u. dgl.) in einer Menge von etwa 40%. Da der Gehalt des rohen Betonits an Feuchtigkeit und anderen flüchtigen Materialien innerhalb weiter Grenzen schwanken kann, ist zur Berechnung des genauen Verhältnisses der Umsetzungsteilnehmer eine Bestimmung der »von flüchtigen Materialien freien Menge« des Tons erforderlich.

Die Salzsäurebehandlung des rohen Tons erfolgt vorzugsweise mit handelsüblicher Salzsäure. Das Verhältnis von Salzsäure zu Ton kann schwanken. Auf die von flüchtigen Materialien freie Menge des Tons berechnet kann die verwendete Menge Chlorwasserstoff zwischen etwa 15 und 50 Gewichtsprozent und vorzugsweise zwischen 20 und 35 Gewichtsprozent — bezogen auf den von flüchtigen Materialien freien Ton — liegen. Die Salzsäure wird natürlich in wäßriger Lösung verwendet, so daß die prozentuale Konzentration der wäßrigen Phase an Chlorwasserstoff bei dieser Behandlungsstufe in Rechnung gesetzt werden muß. Die Salzsäurebehandlungsstufe erfolgt in einer wäßrigen Aufschlammung, wobei die Chlorwasserstoffkonzentration der Säure in dieser Aufschlammung zwischen 5 und 25% und vorzugsweise zwischen 5 und 20% — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — liegen sollte. Die in dem Rohton enthaltene Wassermenge und die in der Säure enthaltene Wassermenge wie auch zusätzlich zugesetzte Wassermengen sollten daher als ein Teil des wäßrigen Bestandteils betrachtet und in Rechnung gesetzt werden, wenn die Konzentration des Säurebestandteils bestimmt wird.

Die Salzsäurebehandlung oder -umsetzung wird, wie bereits angegeben, oberhalb von 80° C durchgeführt. Die Behandlung kann sogar bei Temperaturen von 105 oder 110° C oder darüber erfolgen, wenn Überdrücke verwendet werden. Obgleich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eine obere Temperaturgrenze nicht wesentlich ist, so handelt es

sich bei dem Wert von 80° C um eine Mindesttemperatur. Die Umsetzungszeit kann verschieden sein und wird teilweise sowohl von der verwendeten Menge Salzsäure als auch von deren Konzentration und der Temperatur bestimmt. Bei höheren Konzentrationen von Salzsäure und einem hohen Verhältnis von Salzsäure zu Ton sowie bei höheren Temperaturen wird daher die erforderliche Zeitdauer geringer sein als dann, wenn geringere Konzentrationen der Umsetzungsteilnehmer und mildere Bedingungen verwendet werden. Eine zufriedenstellende Umsetzungszeit liegt gewöhnlich zwischen 1 und 24 Stunden, wobei eine Zeit zwischen 2 und 8 Stunden bevorzugt wird. Obwohl ohne Nachteil auch länger behandelt werden kann, ist dies unwirtschaftlich.

Wie oben ausgeführt, wird das erfindungsgemäße Verfahren vorzugsweise mit einer Aufschlammung durchgeführt, weil bei übermäßiger Verdünnung die Säurekonzentrationen auf Werte unterhalb der bevorzugten Werte verringert werden. Ein Festbestandteilgehalt zwischen etwa 10 und 15% und bis zu 40% ist gewöhnlich zufriedenstellend. Die Umsetzung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt vorzugsweise auch unter Bewegen oder Rühren des Umsetzungsgemisches.

Das Waschen des mit Salzsäure behandelten Tons kann nach verschiedenen Verfahren, so z. B. durch Filtrieren und anschließendes Spülen des Filterkuchens mit Wasser, erfolgen. Vorzugsweise wird durch Dekantieren gewaschen, wobei der behandelte Ton mit aufeinanderfolgenden Anteilen von Spülwasser behandelt wird, die nach dem Rühren und Absetzen des Tons nach üblichen Dekantierverfahren entfernt werden.

Die Waschstufe erfolgt gewöhnlich so lange, bis der Ton praktisch chloridfrei ist, was sich durch praktische Abwesenheit von Chloridionen in dem Waschwasser zu erkennen gibt. Das Waschen sollte fortgesetzt werden, bis das Waschwasser höchstens noch 0,15% Chloridionen enthält. Sodann wird der Ton einer zweiten Säurebehandlung unterworfen, bei der Schwefel- oder Phosphorsäure verwendet wird. Schwefelsäure wird bevorzugt. Das Gewichtsverhältnis von Schwefelsäure oder Phosphorsäure zu Ton liegt bei 1 bis 20 Gewichtsteilen der reinen Säure, auf 100 Gewichtsteile des von flüchtigen Materialien freien Tons bezogen, der nach der Salzsäurebehandlung und dem Waschen erhalten worden ist. Die Behandlungszeit beträgt bis zu 30 Minuten und vorzugsweise etwa 10 bis 20 Minuten. Diese zweite Säurebehandlung mit Schwefel- oder Phosphorsäure erfolgt vorzugsweise bei Raumtemperaturen, also unter Bedingungen, bei denen praktisch keine Umsetzung erfolgt. Temperaturen zwischen etwa 10 und 50° C können bei dieser Stufe zufriedenstellend verwendet werden.

Die zugesetzte Schwefelsäure reagiert unter den beschriebenen Bedingungen nicht merklich mit den Kationen in dem Tongittergefüge, sondern verdrängt vielmehr die auf den Ton- und Kieselsäureoberflächen absorbierten Eisen-, Aluminium-, Chlorid- und anderen Ionen. Wenn eine Probe von dem Filtrat abgenommen wird, das beim Filtrieren eines Anteils der abgesetzten Festsubstanzen beim dritten Dekantieren erhalten wird, und auf Eisen(III)-ionen mit Natrium- oder Ammoniumthiocyanat untersucht wird, wird wegen des gebildeten Eisen(III)-thio-

cyanatkomplexes eine schwachrötliche Färbung beobachtet. Wenn man jedoch eine Probe des Filtrats aus der gleichen Aufschlammung nach der Schwefelsäurezugabe nach dem gleichen Verfahren untersucht, wird wegen des gebildeten Eisen(III)-thiocyanatkomplexes eine tiefrote Färbung beobachtet. In diesem Filtrat ist die 5- bis 10fache Eisenmenge enthalten. Dadurch wird gezeigt, daß bei der Behandlung mit verdünnter Schwefelsäure das absorbierte Eisenchlorid aus dem mit Salzsäure aktivierten Ton herausgewaschen und entfernt wird.

Die Behandlung mit Schwefelsäure oder Phosphorsäure erfolgt in einem wäßrigen Medium, wobei die Säurekonzentrationen — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — zwischen etwa 0,5 und 5% und vorzugsweise zwischen 1 und 2% liegen.

Der bei der Waschstufe erhaltene Filterkuchen bzw. Dekantationsrückstand wird vorzugsweise ohne vorheriges Entfernen der darin enthaltenen Feuchtigkeit mit Schwefelsäure behandelt. Da der bei dieser Stufe erhaltene Ton natürlich eine beträchtliche Menge Feuchtigkeit enthält, liegt er gewöhnlich in Form eines Schlammes vor. Die Schwefelsäurebehandlung kann erstens durch Aufschlammern des oben erhaltenen Filterkuchens oder Schlammes mit der Schwefelsäure und durch anschließendes Dekantieren oder zweitens durch Waschen des Filterkuchens mit sehr verdünnter wäßriger Schwefelsäure erfolgen.

Obwohl vorzugsweise die aktivierte Tonaufschlammung mit Schwefelsäure behandelt oder der Filterkuchen ohne vorheriges Trocknen mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen wird, kann auch das nach der Salzsäurebehandlung erhaltene getrocknete Produkt verbessert werden, indem es in 3- bis 4%iger Schwefelsäure erneut aufgeschlämmt wird. Nach dem Vermischen der Suspension für eine Zeit von etwa einer halben Stunde kann die Aufschlammung filtriert und der Kuchen erneut getrocknet werden. Dieses Produkt hat ein wesentlich höheres Entfärbungsvermögen als das getrocknete Produkt, aus dem es hergestellt worden ist. Das verdünnte Schwefelsäurefiltrat enthält Eisen-, Aluminium- und Calciumsalze und auch wesentliche Mengen von Chloridionen, wodurch gezeigt wird, daß die durch Waschen mit Wasser nicht entfernbaren absorbierten Bestandteile durch die Behandlung mit verdünnter Schwefelsäure entfernt werden können.

Nach der Schwefelsäurebehandlung wird die überschüssige Schwefelsäure, wie oben ausgeführt, entfernt, worauf das Produkt zur Entfernung von Wasser und anderen unerwünschten flüchtigen Substanzen getrocknet wird. Der Ton wird gewöhnlich bis zu einem Gehalt an flüchtigen Substanzen (vorwiegend Wasser) zwischen 10 und 30% und vorzugsweise zwischen 18 und 25% getrocknet. Die Trockenstufe erfolgt unter verhältnismäßig genau geregelten Bedingungen, wobei die Temperatur des Tons zu keiner Zeit einen Wert von 100° C und vorzugsweise von 80 bis 90° C überschreitet. Das Trocknen des Tons kann gewöhnlich durch kurze Einwirkung einer überhitzten Atmosphäre (400° C) unter gleichzeitigem Bewegen oder Rühren erfolgen. Schnelltrocknenverfahren sind hierfür besonders brauchbar und werden daher vorzugsweise verwendet.

Da bei der Trockenstufe Wasserdampf und anderes flüchtiges Material entfernt wird, bleibt die Temperatur des Tons infolge der Verdampfungswärme unter-

halb der obersten Temperatur von 100° C, vorausgesetzt, daß eine ausreichende Feuchtigkeitsmenge in dem Ton verbleibt. Wenn der Gehalt des Tons an flüchtigen Substanzen auf den gewünschten Wert verringert worden ist, wird das Produkt für die Verwendung als Entfärbungsmittel, Katalysator od. dgl. pulverisiert. Der Ton wird vorzugsweise so weit vermahlen oder zerkleinert, daß er durch ein Sieb mit 4900 bis 5840 Maschen/cm² hindurchgeht.

In den folgenden Beispielen wird das erfindungsgemäße Verfahren weiter erläutert.

Beispiel 1

Ein mit Rückflußkühler, Rührer und Thermometer ausgerüsteter 5-l-Dreihalsrundkolben wurde mit 1508 g (entsprechend 1000 g von flüchtigen Substanzen freiem Material) vermahlenem weißem Bentonitton aus der mittelweichen Schicht von Christian Pit (Gonzales County, Texas), 780 g 32%iger wäßriger Salzsäure (25 Gewichtsprozent HCl, bezogen auf Gesamtwassergehalt) und 1960 cm³ Wasser beschickt. Die erhaltene Aufschlammung (etwa 25% Festbestandteile) wurde zum Sieden erhitzt und etwa 6 Stunden unter Rühren am Rückfluß (105° C) gehalten. Der Inhalt des Kolbens wurde dann in ein 20 l fassendes Gefäß gebracht, worauf etwa 12 l Wasser unter Rühren zugesetzt wurden. Die Aufschlammung wurde dann etwa 12 bis 14 Stunden absetzen gelassen. Nach dem Absetzen wurde die überstehende klare Flüssigkeit von den Festsubstanzen dekantiert. Die zurückbleibenden Tonfestbestandteile wurden dann mit etwa 4 l Leitungswasser unter Rühren verdünnt, worauf absetzen gelassen und dekantiert wurde. Bei einem dritten Dekantieren wurde die gleiche Wassermenge (etwa 4 l) und das gleiche Verfahren verwendet. Die abgesetzte aktivierte Tonaufschlammung, die etwa 800 g aktivierten Ton, auf die Menge des von flüchtigen Substanzen freien Materials bezogen, enthielt und ein Volumen von etwa 1500 cm³ hatte, wurde mit etwa 15 cm³ (27,6 g, bezogen auf Gesamtwassergehalt etwa 3 Gewichtsprozent) konzentrierter (96%iger) Schwefelsäure behandelt. Die erhaltene Aufschlammung wurde etwa 15 Minuten bei Raumtemperatur gerührt und dann abfiltriert. Der zurückbleibende behandelte Ton wurde dann unter Bewegen in einem auf etwa 400 bis 600° C erhitzten Ofen schnell getrocknet. Bei diesem schnellen Trocknen (ähnlich wie bei Schnelltrocknenverfahren) wird die Temperatur des Tons auf etwa 70 bis 80° C gehalten. Der Ton wurde bis zu einem Restgehalt an flüchtigen Substanzen von 22,2% getrocknet. Das getrocknete Produkt wurde erst in einer Hammermühle und dann in einer Kugelmühle so weit zerkleinert, daß 90% des Produkts durch ein Sieb mit 5840 Maschen/cm² hindurchgingen.

Beispiel 2

Das im Beispiel 1 beschriebene Verfahren (HCl-Konzentration 25 Gewichtsprozent bezogen auf Gesamtwassergehalt) wurde wiederholt, wobei jedoch bei der abschließenden oder zweiten Behandlung aliquote Anteile des mit Salzsäure behandelten Tons mit verschiedenen Mengen Schwefel- oder Phosphorsäure behandelt wurden. Die Menge des bei der zweiten Säurebehandlung behandelten Tons betrug bei jedem Versuch etwa 400 g (auf das von flüchtigen Substanzen freie Material bezogen). Der bei diesen

Versuchen verwendete Ton war ein weißer Bentonit, der aus 3 Teilen Ton einer mittelweichen Schicht je 1 Teil einer unteren weichen Schicht aus Christian Pit (Gonzales County, Texas) bestand. Die

durch diese Behandlung erzielten Ergebnisse und die relative Wirksamkeit der behandelten Tone als Entfärbungsmittel sind in den folgenden Tabellen I und II angegeben.

Tabelle I
Eigenschaften des getrockneten Produkts

Versuch Nr.	Zugesetzte Säure		F. M. ³⁾	Azidität ⁴⁾ KOH je g	p _H ⁵⁾
	Art	Menge			
A	keine	keine			
B	Konz. H ₂ SO ₄ ¹⁾	5 cm ³	23,09	2,05	2,10
C	desgl.	10 cm ³	24,90	5,05	1,05
D	desgl.	15 cm ³	25,50	7,55	1,65
E	desgl.	20 cm ³	27,70	10,90	1,50
F	Konz. H ₃ PO ₄ ²⁾	5 cm ³	27,72	2,85	2,50
G	desgl.	10 cm ³	24,90	4,65	2,30
H	desgl.	15 cm ³	23,34	6,35	2,20
I	desgl.	20 cm ³	22,20	9,00	2,10

¹⁾ 96 bis 97%ige Schwefelsäure.

²⁾ 96 bis 97%ige Phosphorsäure.

³⁾ Flüchtige Materialien.

⁴⁾ Die Azidität ist in Milligramm KOH angegeben, die zum Neutralisieren der Säure benötigt werden, die beim Waschen von 1 g des Produkts mit heißem destilliertem Wasser entfernt wird.

⁵⁾ p_H-Wert der Aufschlämmung, die 10 g des Produkts in 50 cm³ destilliertem Wasser enthält.

Die in Fußnote 4 von Tabelle 1 angegebene Azidität ist nach dem folgenden Verfahren bestimmt worden: 35

Etwa 2 g des Produkts werden in 200 cm³ destilliertem Wasser 2 Minuten lang verrührt, abfiltriert und mit siedendem Wasser gewaschen, worauf das Filtrat mit einer eingestellten Kaliumhydroxydlösung mit 40 Phenolphthalein bis zum Endpunkt titriert wird. Aus den erhaltenen Werten wird die Menge KOH in Milligramm berechnet, die je Gramm des Tons benötigt wird.

Mit den in Tabelle I angegebenen Tonprodukten A 45 bis I wurden Entfärbungsversuche nach dem folgenden Verfahren durchgeführt:

300 g mit Ätzalkali behandeltes, jedoch nicht gebleichtes Sojaöl wurden mit 9 g aktiviertem Ton behandelt und im Verlauf von 5 Minuten auf 120° C 50 erhitzt. Die Temperatur wurde auf 120 ± 2° C gehalten und die Öl-Ton-Aufschlämmung nach dem AOCS-Verfahren Cc-8b-52 für eine Zeit von 15 Minuten gerührt. Nach dem Abfiltrieren der Aufschlämmung und Abkühlen des Öles auf Raumtemperatur 55 wurde seine optische Dichte in einem Spektrophotometer, z. B. einem Coleman-Spektrophotometer, Modell B, bei einer Wellenlänge von 4700 Angströmeinheiten gemessen. Die Werte für die Wirksamkeit der verwendeten Tone werden erhalten, indem die 60 optische Dichte der verschiedenartigen Proben mit der eines Öles verglichen wird, das durch eine gleichwertige Menge mit Säure aktivierter AOCS-Standard-Bleicherde entfärbt worden ist und dessen Dichte mit 100% festgesetzt wird.

Die Ergebnisse dieser Versuche, bei denen die Tone A bis I verwendet worden sind, sind in Tabelle II angegeben.

Tabelle II

Versuch Nr.	Relative Wirksamkeit Sojaöl
A	147
B	218
C	215
D	256
E	240
F	209
G	241
H	265
I	268

In dem folgenden Beispiel wird die Schwefelsäurebehandlung von mit Salzsäure behandeltem Ton erläutert, der vorher getrocknet worden ist.

Beispiel 3

250 g mit HCl aktivierter Ton, der bis zu einem Gehalt von 21% an flüchtigem Material getrocknet worden war und gegenüber gereinigtem Sojaöl eine Wirksamkeit von 77% besaß, wurde in 1,5 l Wasser aufgeschlämmt. 25 ccm 96,8%ige Schwefelsäure wurden dann zugesetzt, worauf die Suspension etwa eine halbe Stunde gerührt wurde. Der Ton wurde abfiltriert und in einer Pfanne bis zu einem Gehalt von 11% an flüchtigem Material schnell getrocknet. Die 65 Wirksamkeit des erhaltenen Produkts betrug bei gereinigtem Sojaöl 110% des Standardwertes.

Obwohl in den obigen Beispielen nur die Brauchbarkeit der erfindungsgemäß hergestellten Subbentonittonne zum Entfärben von Sojaöl erläutert worden ist, können diese Tone auch zum Entfärben von anderen Substanzen, wie Mineralöl u. dgl., verwendet werden. Obwohl die beschriebenen Produkte als entfärbende Tone wirksam sind, können auch durch eine Abänderung der Behandlung Tone mit katalytischer Wirksamkeit hergestellt werden, indem z. B. die Trockenstufe bei äußerst hoher Temperatur durchgeführt wird, eine größere Teilchengröße in dem Produkt aufrechterhalten und der Gehalt des Tons an flüchtigen Substanzen auf einen niedrigen Wert verringert wird.

Obwohl der Mechanismus des erfindungsgemäßen Verfahrens nicht ganz verständlich ist, wird angenommen, daß bei der bestimmten Reihenfolge der Stufen, in denen die oben angegebenen Reagenzien verwendet werden, die störenden Eisenverbindungen, wie Eisen(III)-chlorid, entfernt werden, die die Farbe von Ölen, z. B. von Sojaöl, verschlechtern. Nach diesem Verfahren, bei dem eine vollständige Entfernung von Eisen sichergestellt wird, wird offenbar ein Produkt erhalten, das wesentlich wirksamer ist als die nach bekannten Verfahren erhaltenen Produkte.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines mit Säure aktivierten Tons durch aufeinanderfolgende Behandlung eines Tons mit wäßriger Salzsäure und Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Subbentonitton mit — auf den trockenen Ton bezogen — 15 bis 50 Gewichtsprozent Chlorwasserstoff in Form einer Salzsäurelösung bei Temperaturen oberhalb von etwa 80° C in Gegenwart von so viel Wasser behandelt, daß die Konzentration des Chlorwasserstoffs in dem Wasser — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — etwa 5 bis 25 Gewichtsprozent beträgt, daß man den behandelten Ton mit Wasser wäscht und daß man den gewaschenen Ton mit — auf das trockene Material bezogen — 1 bis 20 Gewichtsprozent reiner Schwefelsäure bei Temperaturen unter etwa 50° C bis zu etwa 30 Minuten in Gegenwart von so viel Wasser behandelt, daß

die Konzentration der Schwefelsäure — bezogen auf den gesamten Wassergehalt — etwa 0,5 bis 5 Gewichtsprozent beträgt, die überschüssige Säure aus dem Ton entfernt und das Produkt bei einer Temperatur des Tons unterhalb 100° C schnell trocknet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den behandelten Ton so lange wäscht, bis das Waschwasser maximal 0,15% Chloridionen enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man den Ton mit 20 bis 35 Gewichtsprozent Chlorwasserstoff behandelt.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der zu aktivierende Ton so auf einen Gehalt von 10 bis 30% an flüchtigen Substanzen getrocknet wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Chlorwasserstoffbehandlung bei einer Temperatur von 80 bis 110° C durchgeführt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Chlorwasserstoffbehandlung 1 bis 24 Stunden durchgeführt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man den Ton mit wäßriger Salzsäurelösung behandelt, indem man eine Aufschlämmung des Tons in dieser Lösung herstellt.

8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schwefelsäurebehandlung bei Temperaturen von 10 bis 50° C durchführt.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schwefelsäurebehandlung durch Waschen des praktisch chloridionenf freien Filterkuchens mit Schwefelsäure durchführt.

10. Ausführungsform des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle von Schwefelsäure Phosphorsäure verwendet wird.

In Betracht gezogene Druckschriften:
USA.-Patentschriften Nr. 1 929 113, 2 892 800.

THIS PAGE BLANK (USPTO)